

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-135021

(43)Date of publication of application : 22.05.1998

(51)Int.Cl.

H01F 1/24
G11B 5/706
G11B 5/842

(21)Application number : 08-301262

(71)Applicant : TODA KOGYO CORP

(22)Date of filing : 25.10.1996

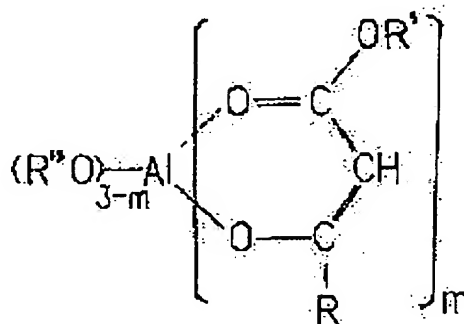
(72)Inventor : KAMIGAKI MAMORU
MORII HIROKO
HAYASHI KAZUYUKI

(54) MAGNETIC PARTICLE POWDER AND ITS MANUFACTURING METHOD, AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM USING IT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve dispensability and to reduce degradation in magnetic characteristics by employing a coating layer of squaric acid as a lower layer of a magnetic particle surface, and a coating layer of aluminum chelate compound shown in equation as an upper layer.

SOLUTION: At a particle surface, a coating layer of squalene acid or anthraquinone scletal polyole is formed as a lower layer, to improve oxidation stability. With an upper layer of the coating layer coated with aluminum chelate compound, shown in the equation (where, $m=1-3$, $R, R', R''=C_nH_{2n+1}$, $N=1-20$); the aluminum chelate compound chemically combines with the lower layer to strengthen the coating layer. Since aluminum of the aluminum chelate compound is an amphoteric metal, good conformability is provided with improved dispersibility, even when a polar group which a binder resin comprises is acidic group or basic group. On the contrary, when the lower layer is coated with the aluminum chelate compound, the compound is easy to be disengaged from the particle surface, so it is disengaged together with squalene acid, etc., resulting in poor disperibility and oxidation stability.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 01.06.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

BEST AVAILABLE COPY

[Patent number]

3456102

[Date of registration]

01.08.2003

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-135021

(43)公開日 平成10年(1998) 5月22日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

F I

H 0 1 F 1/24

H 0 1 F 1/24

G 1 1 B 5/706

G 1 1 B 5/706

5/842

5/842

A

審査請求 未請求 請求項の数7 F D (全 20 頁)

(21)出願番号 特願平8-301262

(22)出願日 平成8年(1996)10月25日

(71)出願人 000166443

戸田工業株式会社

広島県広島市西区横川新町7番1号

(72)発明者 神垣 守

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

(72)発明者 森井 弘子

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

(72)発明者 林 一之

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

(54)【発明の名称】 磁性粒子粉末及びその製造法並びに該磁性粒子粉末を用いた磁気記録媒体

(57)【要約】 (修正有)

【課題】 塗布型磁気記録媒体において、結合材樹脂が酸性基や塩基性基を有している場合でも磁性粒子粉末が十分分散性をもつようにする。

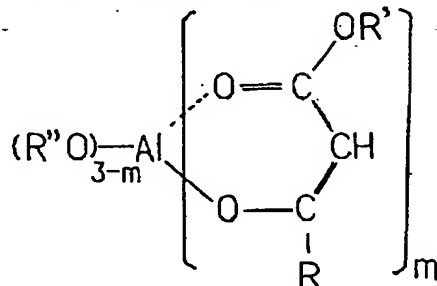
【解決手段】 粒子表面に2層からなる被覆層を有する磁性粒子で、下層がスクエア酸からなる被覆層で、上層が特定アルミニウムキレート化合物からなる被覆層である磁性粒子を用いる。製造にあたっては、磁性粒子粉末とスクエア酸とを水又はアルコールを媒体として混合後に濾別、乾燥し該磁性粒子の粒子表面にスクエア酸被覆層を形成し、粒子表面にスクエア酸の被覆層を形成した磁性粒子粉末と特定アルミニウムキレート化合物とをアルコールを媒体として混合し濾別、乾燥してスクエア酸の被覆層の表面に該アルミニウムキレート化合物の被覆層を形成する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 粒子表面に下層及び上層の2層からなる被覆層を有する磁性粒子であって、前記下層がスクエア酸からなる被覆層であり、前記上層が下記一般式1で示されるアルミニウムキレート化合物から選ばれる1種*

*又は2種以上のアルミニウムキレート化合物からなる被覆層であることを特徴とする磁性粒子からなる磁性粒子粉末。

【化1】



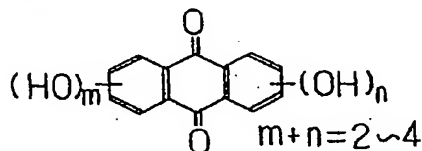
$$m = 1 \sim 3$$

$$R, R', R'' = C_n H_{2n+1} \quad (n = 1 \sim 20)$$

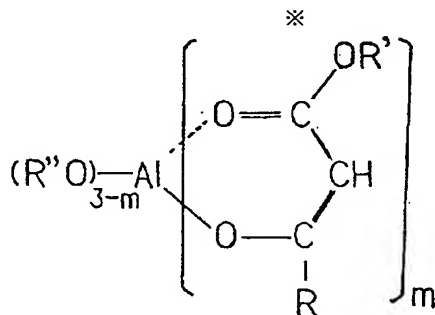
【請求項2】 粒子表面に下層及び上層の2層からなる被覆層を有する磁性粒子であって、前記下層が下記一般式2で示されるアントラキノン骨格ポリオールからなる被覆層であり、

※前記上層が下記一般式3で示されるアルミニウムキレート化合物から選ばれる1種又は2種以上のアルミニウムキレート化合物からなる被覆層であることを特徴とする磁性粒子からなる磁性粒子粉末。

【化2】



【化3】

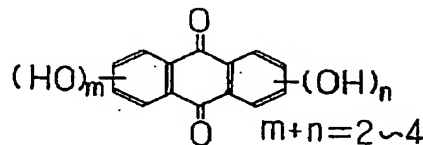


$$m = 1 \sim 3$$

$$R, R', R'' = C_n H_{2n+1} \quad (n = 1 \sim 20)$$

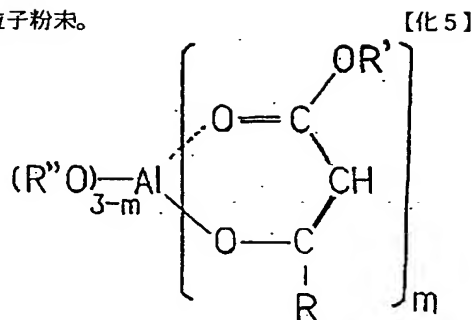
【請求項3】 粒子表面に下層及び上層の2層からなる被覆層を有する磁性粒子であって、前記下層がスクエア酸と下記一般式4で示されるアントラキノン骨格ポリオールとからなる被覆層であり、

【化4】



前記上層が下記一般式5で示されるアルミニウムキレート化合物から選ばれる1種又は2種以上のアルミニウムキレート化合物からなる被覆層であることを特徴とする

る磁性粒子からなる磁性粒子粉末。



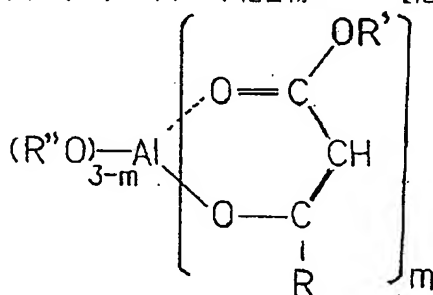
$$m = 1 \sim 3$$

$$\text{R, R}', \text{R}'' = \text{C}_n\text{H}_{2n+1} \quad (n = 1 \sim 20)$$

【請求項4】 磁性粒子粉末とスクエア酸とを水又はアルコールを媒体として混合した後に濾別、乾燥して該磁性粒子の粒子表面にスクエア酸からなる被覆層を形成させる第一工程と、該第一工程を経由した粒子表面にスクエア酸からなる被覆層が形成されている磁性粒子粉末と下記一般式化6で示されるアルミニウムキレート化合物*

*から選ばれる1種又は2種以上のアルミニウムキレート化合物とをアルコールを媒体として混合した後に濾別、乾燥して該スクエア酸からなる被覆層の表面に該アルミニウムキレート化合物からなる被覆層を形成させる第二工程からなることを特徴とする磁性粒子粉末の製造法。

【化6】

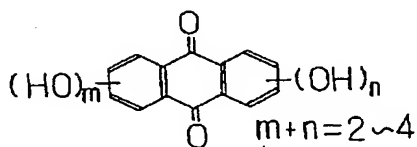


$$m = 1 \sim 3$$

$$\text{R, R}', \text{R}'' = \text{C}_n\text{H}_{2n+1} \quad (n = 1 \sim 20)$$

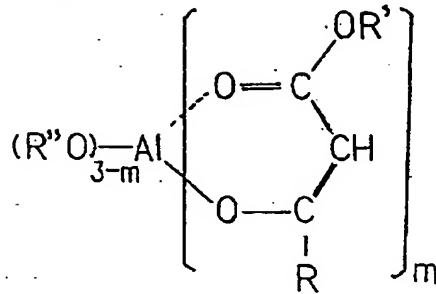
【請求項5】 磁性粒子粉末と下記一般式化7で示されるアントラキノン骨格ポリオールとをアルコールを媒体として混合した後に濾別、乾燥して該磁性粒子の粒子表面にアントラキノン骨格ポリオールからなる被覆層が形成させる第一工程と、

【化7】



該第一工程を経由した粒子表面にアントラキノン骨格ポリオールからなる被覆層が形成されている磁性粒子粉末と下記一般式化8で示されるアルミニウムキレート化合物から選ばれる1種又は2種以上のアルミニウムキレート化合物とをアルコールを媒体として混合した後に濾別、乾燥して該アントラキノン骨格ポリオールからなる被覆層の表面に該アルミニウムキレート化合物からなる被覆層を形成させる第二工程からなることを特徴とする磁性粒子粉末の製造法。

【化8】

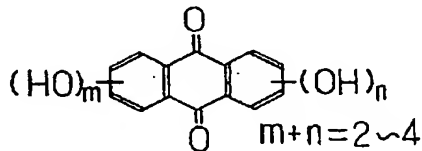


$$m = 1 \sim 3$$

$$R, R', R'' = C_n H_{2n+1} \quad (n = 1 \sim 20)$$

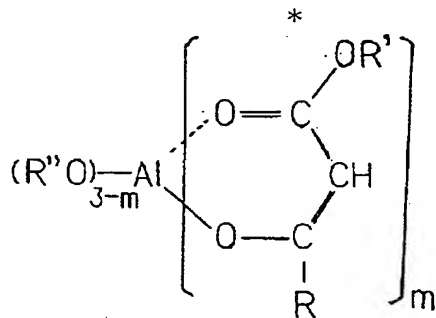
【請求項6】 磁性粒子粉末とスクエア酸及び下記一般式9で示されるアントラキノ骨格ポリオールとをアルコールを媒体として混合した後に濾別、乾燥して該磁性粒子の粒子表面にスクエア酸及びアントラキノ骨格ポリオールからなる被覆層を形成させる第一工程と、

【化9】



*該第一工程を経由した粒子表面にスクエア酸とアントラキノ骨格ポリオールとからなる被覆層が形成されている磁性粒子粉末と下記一般式10で示されるアルミニウムキレート化合物から選ばれる1種又は2種以上のアルミニウムキレート化合物とをアルコールを媒体として混合した後に濾別、乾燥して該スクエア酸と該アントラキノ骨格ポリオールとからなる被覆層の表面に該アルミニウムキレート化合物からなる被覆層を形成させる第二工程からなることを特徴とする磁性粒子粉末の製造法。

【化10】



$$m = 1 \sim 3$$

$$R, R', R'' = C_n H_{2n+1} \quad (n = 1 \sim 20)$$

【請求項7】 非磁性支持体上に磁性粒子粉末と結合材樹脂とからなる磁気記録層が形成されている磁気記録媒体であって、前記磁性粒子粉末が請求項1乃至請求項3のいずれかに記載の磁性粒子粉末であることを特徴とする磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、塗布型磁気記録媒体に用いられる結合材樹脂の有する極性基が酸性基又は塩基性基のいずれの場合においても、分散性に優れ、且つ、酸化安定性に優れるため磁気特性の経時劣化が少ない磁性粒子粉末及びその製造法並びに該磁性粒子粉末を用いた磁気記録媒体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年、高密度記録の要求のため、より微細な酸化鉄磁性粒子粉末、更にはより高い磁気特性を有する鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末などが使用されてきている。

【0003】 しかし、微粒子の酸化鉄磁性粒子粉末や鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末は、粒子粉末の表面積増加に伴い、結合剤樹脂へのぬれが悪くなる傾向にある。そのため、近年、塗布型磁気記録媒体の結合剤樹脂として使用されているものは磁性粉とのなじみを良くするためにほとんどの場合、酸性の極性基又は塩基性の極性基を有している。その場合、例えば磁性粉の粒子表面を酸性の極性基を有する樹脂へのなじみを良くするため表面処理等で改質した場合、酸性の極性基を有する樹脂にはなじみが良くなるものの、塩基性の極性基を有する

樹脂に対してはゲル化して全く分散しない等の問題があった。

【0004】そこで、塗布型磁気記録媒体に用いられる結合材樹脂が極性基として酸性基又は塩基性基のいずれを有した場合においても十分な分散性を示す磁性粒子粉末が望まれている。

【0005】また、前記鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末は、『磁性材料の開発と磁粉の高分散化技術』（株式会社 総合技術センター 発行：昭和57年）第54頁の「メタル粉の実用化にあたって、技術的な困難が何点か存在した。その一つは錆に対する防護をどう解決するかということであった。これまでみてきたガンマ酸化鉄、二酸化クロム、コバルト被着酸化鉄などはすべて“酸化物”である。酸化物はすでに酸素イオンが金属イオンとイオン結合をして結晶格子中にとりこまれている状態である。これに対してメタル粉は基本的に異なる。すぎがあれば酸素と結びつきたいと願っている鉄原子が主成分をなすのがメタル粉である。空気中の酸素と湿分とはすぎあれば鉄を錆びさせようと、どんな小さな結晶のすぎ間も見逃さずにねらっている。であるから、メタル粉は十二分に耐酸化処理を、ひたたく表現すればどうしたら錆がおこらないようにメタル粉をテープの塗膜中に落着かせるかを、工夫してやらねばならない。これが最も技術的困難な点であるといえよう。」なる記載の通り、空気中で酸化され易く、このため、前記鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を用いた磁気記録媒体は、保存中に鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末が酸化され、磁気特性が劣化する等の問題が生じる場合があった。近年の微細粒子化に伴う比表面積の増大により、さらに酸化安定性が劣化しやすい傾向にある。従来、前記鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の粒子表面に酸化被膜を形成させて酸化安定性を向上させる試みが行われてきたが、未だ十分なものは得られていない。

【0006】そこで、さらに酸化安定性に優れた鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末が求められている。

【0007】従来、種々のものが酸化安定性の向上のための表面処理剤として試みられてきた。例えば、表面が4員環化合物である3, 4-ジヒドロキシー-3-シクロブテン-1, 2-ジオン（スクエア酸）で処理された強磁性金属微粒子及びこれを用いた磁気記録媒体（特開平5-225552号公報）、表面がアントラキノン骨格を有する芳香族有機酸（アリザリン等）で処理された強磁性金属微粒子及びこれを用いた磁気記録媒体（特開平5-225553号公報）などがある。

【0008】また、顔料や磁性粉の表面改質のためにアルミニウムキレート化合物の使用が行われており、例えば、硬化剤としてアルミニウムキレート化合物を塗装直前に塗料に配合する方法（特公平4-65873号公報）、特定構造のアルミニウムキレート化合物の少なくとも1種を含有し、親水性表面を有する粉粒状物質の表

面改質剤（特公昭61-26830号公報）などがある。

【0009】アルミニウムキレート化合物を磁性粉に使用して磁気記録媒体としたものは、有機アルミニウム化合物で表面処理を行った強磁性粉末を用いた磁気記録媒体（特開昭57-60535号公報）、特定のアルミニウム系の金属配位化合物で表面処理した磁性顔料を含有する放射線硬化型磁性塗料組成物（特公平6-4786号公報）がある。

10 【0010】

【解決しようとする課題】磁気記録媒体に用いられる結合材樹脂の極性基が酸性基又は塩基性基のいずれを有する場合においても優れた分散性を有し、且つ、酸化安定性に優れるため磁気特性の経時劣化が少ない磁性粒子粉末は得られていなかった。

【0011】即ち、前記特開平5-225552号公報に記載のスクエア酸による被覆層のみを有する金属磁性粒子粉末の場合、及び、前記特開平5-225553号公報に記載のアントラキノン骨格ポリオールによる被覆層のみを有する金属磁性粒子粉末単層被覆の場合、後出比較例2及び比較例3に示すように極性基のある樹脂に対して酸性基、又は塩基性基のいずれについても十分な分散性を有するものではない。

【0012】前記特公昭61-26830号公報及び特開平4-65873号公報記載のアルミニウムキレート化合物からなる被覆層を有する顔料粒子等は、アルミニウムキレート化合物の機能として、硬化剤としての役割又は単に親水性の表面を親油性に変える役割等を有するものである。

30 【0013】前記特開昭57-60535号公報及び特公平6-4786号公報に記載のアルミニウムキレート化合物単層被覆を有する磁性粒子からなる磁性粒子粉末の場合、磁性塗料にした際には外れやすく、磁性粒子粉末の結合剤樹脂への分散性向上には十分に寄与しないものである。

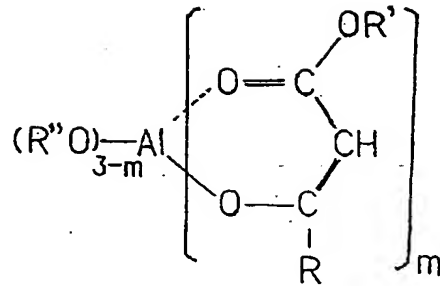
【0014】そこで、本発明は、結合剤樹脂の有する極性基が酸性基又は塩基性基のいずれの場合にも良好な分散性を有し、且つ、酸化安定性に優れるため磁気特性の経時劣化が少ない磁性粒子粉末を提供することを技術的課題とする。

40 【0015】

【課題を解決する為の手段】前記技術的課題は、次の通りの本発明によって達成できる。

【0016】即ち、粒子表面に下層及び上層の2層からなる被覆層を有する磁性粒子であって、前記下層がスクエア酸からなる被覆層であり、前記上層が下記一般式化11で示されるアルミニウムキレート化合物から選ばれる1種又は2種以上のアルミニウムキレート化合物からなる被覆層であることを特徴とする磁性粒子からなる磁性粒子粉末、

【化11】

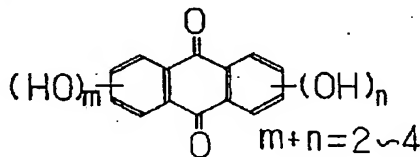


$$m=1\sim 3$$

$$R, R', R'' = C_n H_{2n+1} \quad (n=1\sim 20)$$

【0017】粒子表面に下層及び上層の2層からなる被覆層を有する磁性粒子であって、前記下層が下記一般式化12で示されるアントラキノン骨格ポリオールからなる被覆層であり、

【化12】



前記上層が前記一般式で示されるアルミニウムキレート化合物から選ばれる1種又は2種以上のアルミニウムキレート化合物からなる被覆層であることを特徴とする磁性粒子からなる磁性粒子粉末、

【0018】粒子表面に下層及び上層の2層からなる被覆層を有する磁性粒子であって、前記下層がスクエア酸と前記一般式で示されるアントラキノン骨格ポリオールからなる被覆層であり、前記上層が前記一般式で示されるアルミニウムキレート化合物から選ばれる1種又は2種以上のアルミニウムキレート化合物からなる被覆層であることを特徴とする磁性粒子からなる磁性粒子粉末、

【0019】磁性粒子粉末とスクエア酸とを水又はアルコールを媒体として混合した後に濾別、乾燥して該磁性粒子の粒子表面にスクエア酸からなる被覆層を形成させる第一工程と、該第一工程を経由した粒子表面にスクエア酸からなる被覆層が形成されている磁性粒子粉末と前記一般式で示されるアルミニウムキレート化合物から選ばれる1種又は2種以上とをアルコールを媒体として混合した後に濾別、乾燥して該スクエア酸からなる被覆層の表面に該アルミニウムキレート化合物からなる被覆層を形成させる第二工程とからなることを特徴とする磁性粒子粉末の製造法、

【0020】磁性粒子粉末と前記一般式で示されるアントラキノン骨格ポリオールとをアルコールを媒体として混合した後に濾別、乾燥して該磁性粒子の粒子表面にアントラキノン骨格ポリオールからなる被覆層を形成させ

る第一工程と、該第一工程を経由した粒子表面にアントラキノン骨格ポリオールからなる被覆層が形成されている磁性粒子粉末と前記一般式で示されるアルミニウムキレート化合物から選ばれる1種又は2種以上のアルミニウムキレート化合物とをアルコールを媒体として混合した後に濾別、乾燥して該アントラキノン骨格ポリオールからなる被覆層の表面に該アルミニウムキレート化合物からなる被覆層を形成させる第二工程とからなることを特徴とする磁性粒子粉末の製造法、

【0021】磁性粒子粉末とスクエア酸と前記一般式で示されるアントラキノン骨格ポリオールとをアルコールを媒体として混合した後に濾別、乾燥して該磁性粒子の粒子表面にアントラキノン骨格ポリオールからなる被覆層を形成させる第一工程と、該第一工程を経由した粒子表面にスクエア酸とアントラキノン骨格ポリオールとからなる被覆層が形成されている磁性粒子粉末と前記一般式で示されるアルミニウムキレート化合物から選ばれる1種又は2種以上のアルミニウムキレート化合物とをアルコールを媒体として混合した後に濾別、乾燥して該スクエア酸と該アントラキノン骨格ポリオールとからなる被覆層の表面に該アルミニウムキレート化合物からなる被覆層を形成させる第二工程とからなることを特徴とする磁性粒子粉末の製造法、

【0022】非磁性支持体上に磁性粒子粉末と結合材樹脂とからなる磁気記録層が形成されている磁気記録媒体であって、前記磁性粒子粉末が請求項1乃至請求項3のいずれかに記載の磁性粒子粉末であることを特徴とする磁気記録媒体である。

【0023】まず、本発明に係る磁性粒子粉末について述べる。

【0024】本発明に係る磁性粒子粉末は、マグヘマイト ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) 粒子、マグネタイト ($\text{Fe}^{2+}_x \text{Fe}^{3+}_{(8-2x)/3} \text{O}_4$ ($0 < x \leq 1$)) 粒子等の磁性酸化鉄粒子、これらの磁性酸化鉄粒子にFe以外のCo、Al、Ni、P、Zn、Si、B等の異種元素を含有させた粒子若しくはこれら磁性酸化鉄粒子にCo等を被着させた粒子、鉄を主成分とする金属磁性粒子、鉄以外のC

o、Al、Ni、P、Zn、Si、B等の異種元素を含有する鉄合金磁性粒子、板状Baフェライト粒子並びにこれに保磁力低減剤である2価金属(Co、Ni、Zn等)と4価金属(Ti、Sn、Zr等)とを含有させた板状複合フェライト粒子等から選ばれる磁性粒子であって、該粒子表面に下層としてスクエア酸又はアントラキノン骨格ポリオール若しくはスクエア酸とアントラキノン骨格ポリオールとからなる被覆層を有し、さらに上層として特定アルミニウムキレート化合物からなる被覆層を有する磁性粒子からなる。

【0025】本発明に係る磁性粒子粉末のスクエア酸の含有量は、炭素含有量から換算して磁性粒子粉末全体に対して好ましくは0.01~30重量%、さらに好ましくは0.02~25重量%である。アントラキノン骨格ポリオールの含有量は、炭素含有量から換算して磁性粒子粉末全体に対して好ましくは0.01~30重量%、さらに好ましくは0.02~25重量%である。なお、スクエア酸及びアントラキノン骨格ポリオールを共に含有する場合の含有量の総量は、磁性粒子粉末全体に対して好ましくは0.02~30重量%、さらに好ましくは0.02~25重量%である。アルミニウムキレート化合物の含有量は、Al含有量から換算して0.01~30重量%、好ましくは0.02~25重量%である。

【0026】本発明に係る磁性粒子粉末は、平均粒径が0.05~0.5 μ m、好ましくは0.1~0.4 μ mである。形状は、針状、板状、球状、粒状等のいずれでもよく、好ましくは針状である。軸比は3~10、好ましくは5~9、BET比表面積は20~80m²/g、好ましくは25~60m²/gである。

【0027】本発明に係る磁性粒子粉末は、保磁力H_cが、500~3000Oe、好ましくは600~2500Oe、飽和磁化 σ_s が、60~200emu/g、好ましくは70~170emu/gである。7日後の経時劣化 $\Delta\sigma_s$ ((促進経時試験前の飽和磁化値)-(促進経時試験7日後の飽和磁化値))が10emu/g以下、好ましくは7emu/g以下である。

【0028】本発明に係る磁性粒子粉末は、結合材樹脂の有する極性基が酸性基又は塩基性基のいずれを有する樹脂についても良好な分散性を示すものである。結合材樹脂との混練における塗料粘度(ずり速度D=1.92/sec)は1000~5500cpであって、7日後の塗料粘度の増加量は0~1000cpである。

【0029】次に、本発明に係る磁性粒子粉末の製造法について述べる。

【0030】本発明に用いられる磁性粒子粉末は、マグヘマイト(γ -Fe₂O₃)粒子、マグネタイト(Fe²⁺_xFe³⁺_(8-2x)/3O₄ (0<x \leq 1))粒子等の磁性酸化鉄粒子、これらの磁性酸化鉄粒子にFe以外のCo、Al、Ni、P、Zn、Si、B等の異種元素を含有させた粒子若しくはこれら磁性酸化鉄粒子にCo等を

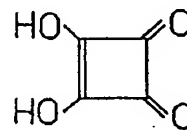
被着させた粒子、鉄を主成分とする金属磁性粒子、鉄以外のCo、Al、Ni、P、Zn、Si、B等の異種元素を含有する鉄合金磁性粒子、板状Baフェライト粒子並びにこれに保磁力低減剤である2価金属(Co、Ni、Zn等)と4価金属(Ti、Sn、Zr等)とを含有させた板状複合フェライト粒子等から選ばれる磁性粒子からなる磁性粒子粉末を使用することができる。

【0031】前記磁性粒子粉末は、平均粒径、0.05~0.5 μ m、好ましくは0.1~0.4 μ mであり、形状は、針状、板状、粒状、球状のいずれでもよいが、好ましくは針状である。BET比表面積は20~80m²/g、好ましくは25~60m²/gである。

【0032】前記磁性粒子粉末の保磁力は500~3000Oe、好ましくは600~2500Oe、飽和磁化 σ_s は60~200emu/g、好ましくは70~170emu/gである。

【0033】本発明に用いられるスクエア酸は化13のものであり、具体的には、市販の3,4-ジヒドロキシ-3-シクロブテン-1,2-ジオン(東京化成工業(株)製)を使用することができる。

【化13】



【0034】スクエア酸の磁性粒子の粒子表面への被覆は、磁性粒子粉末とスクエア酸とを水又はアルコールを媒体として混合することにより行う。具体的には、磁性粒子粉末の水懸濁液又はアルコール懸濁液中にスクエア酸の粉末をそのまま添加する方法、磁性粒子粉末の水懸濁液にスクエア酸水溶液又はスクエア酸アルコール溶液を添加する方法、スクエア酸水溶液又はスクエア酸アルコール溶液に磁性粒子粉末をそのまま添加する方法、及び、スクエア酸の水溶液又はアルコール溶液と磁性粒子粉末の水懸濁液又はアルコール懸濁液とを混合する方法から選ばれるいずれかの方法で混合し、十分攪拌してスクエア酸を粒子表面に被着させた後に、濾過、乾燥を行ってスクエア酸が粒子表面に被着した磁性粒子粉末を得る。添加温度の範囲は、25~60℃、好ましくは25~40℃である。

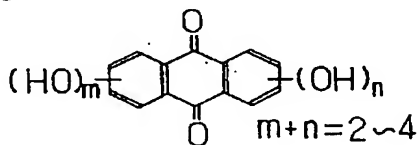
【0035】スクエア酸は通常粉末状態であり、被覆処理にあたっては、直接添加しても、あらかじめ水又はアルコールに溶解して溶液としたものを添加してもよい。好ましくは溶液として添加する方法である。溶液として添加する場合には、その溶液濃度は0.1~50g/l、好ましくは0.5~10g/lである。

【0036】前記市販のスクエア酸を使用する場合の添加量は、磁性粒子粉末に対し0.01~30.0重量%、好ましくは0.02~25.0重量%である。0.

0.1重量%未満の場合には、次工程においてアルミニウムキレート化合物からなる被覆層を固定化する効果が得られない。30.0重量%を越える場合には、得られる効果は飽和しており、むしろ、磁性粒子粉末とは別に存在することになり、諸特性の劣化の原因となり好ましくない。

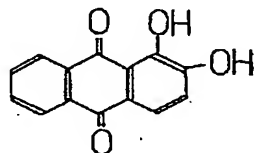
【0037】本発明に用いられるアントラキノン骨格ポリオールとしては、アントラキノン骨格を主骨格とし、水酸基数総数が2～4個である下記一般式化14のものを使用することができる。

【化14】



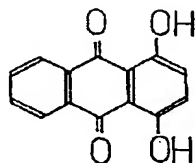
【0038】前記アントラキノン骨格ポリオールとして具体的には、アリザリン、キニザリン、クリサジン、プルプリン、プルプロキシサンチン等であって、それぞれ、化15に示すアリザリン(alizarin、1, 2-dihydroxyanthraquinone)、

【化15】



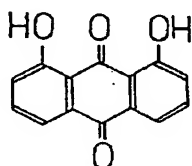
【0039】化16に示すキニザリン(quinizarin、1, 4-dihydroxyanthraquinone)、

【化16】



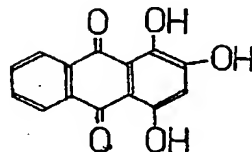
【0040】化17に示すクリサジン(chrysazin、1, 8-dihydroxyanthraquinone)、

【化17】



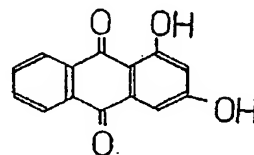
【0041】化18に示すプルプリン(purpurin、1, 2, 4-trihydroxyanthraquinone)、

【化18】



【0042】化19に示すプルプロキシサンチン(puropoxanthin、1, 3-dihydroxyanthraquinone)等が使用できる。

【化19】



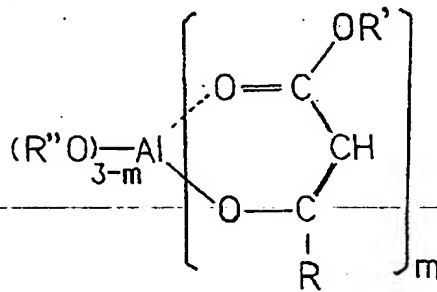
【0043】アントラキノン骨格ポリオールによる被覆は、磁性粒子粉末とアントラキノン骨格ポリオールとをアルコールを媒体として混合することにより行う。具体的には、磁性粒子粉末のアルコール懸濁液とアントラキノン骨格ポリオールのアルコール溶液とを混合し十分攪拌した後に、濾過、乾燥して、アントラキノン骨格ポリオールが粒子表面に被着した磁性粒子粉末を得る。添加温度の範囲は、25～60℃、好ましくは25～40℃である。

【0044】前記アントラキノン骨格ポリオールは通常粉末状態であるため、被覆にあたっては、あらかじめエタノール等のアルコールに溶解して溶液としたものを用いることが好ましい。

【0045】その溶液濃度は0.1～50g/l、好ましくは0.5～10g/lである。前記アントラキノン骨格ポリオールの添加量は、磁性粒子粉末に対して0.01～30.0重量%、好ましくは0.02～25.0重量%である。0.01重量%未満の場合には、次工程においてアルミニウムキレート被覆層を固定化する効果が得られない。30.0重量%を越える場合には、得られる効果は飽和しており、むしろ、磁性粒子粉末とは別に存在することになり、諸特性の劣化の原因となり好ましくない。

【0046】本発明に用いるアルミニウムキレート化合物は下記一般式化20のものが使用できる。

【化20】



$$m = 1 \sim 3$$

$$\text{R, R}', \text{R}'' = \text{C}_n\text{H}_{2n+1} \quad (n = 1 \sim 20)$$

【0047】本発明に用いるアルミニウムキレート化合物としては、具体的には、市販のアルミニウム- γ - n -ブトキシド-モノエチルアセトアセテート、アルミニウム- γ -イソプロポキシド-モノエチルアセトアセテート、アルミニウム-モノ- n -ブトキシド-ジエチルアセトアセテート（以上ホープ製薬（株）製）及びアルミニウムモノアセチルアセトネートビス（エチルアセトアセテート）、アルミニウムトリス（アセチルアセトネート）（以上、川研ファインケミカル（株）製）、アルキルアセトアセテートアルミニウムジイソプロピレート（以上、味の素（株）製）等を使用することができる。

【0048】アルミニウムキレート化合物による被覆は、前工程を経由した磁性粒子粉末とアルミニウムキレート化合物とをアルコールを媒体として混合することにより行う。具体的には、前記特定アルミニウムキレート化合物は粘稠性の液体であるので、イソプロピルアルコール等のアルコール溶液として磁性粒子粉末のアルコール懸濁液に添加する方法やアルミニウムキレート化合物のアルコール溶液中に磁性粒子粉末を懸濁させる方法によって混合し、十分攪拌した後に、濾過、乾燥して前記スクエア酸又は前記アントラキノン骨格ポリオールからなる被覆層表面に前記特定アルミキレート化合物からなる被覆層を形成させる。

【0049】前記特定アルミキレート化合物をアルコール溶液として添加する場合、その濃度は0.1～50g/l、好ましくは0.5～20g/lである。添加温度範囲は25～60℃、好ましくは25～40℃である。

【0050】前記特定アルミニウムキレート化合物を使用する場合の添加量は、磁性粒子粉末に対して0.01～30.0重量%、好ましくは0.02～25.0重量%である。0.01重量%未満の場合には、本発明の目的の一つである極性基をもった樹脂に対するなじみが悪く、良好な分散性、分散安定性が得られない。30.0重量%を越える場合には、得られる効果は飽和しており、むしろ、磁性粒子粉末とは別に存在することになり、諸特性の劣化の原因となり好ましくない。

【0051】次に、本発明に係る磁気記録媒体について述べる。

【0052】本発明に係る磁気記録媒体は、非磁性基体上に、本発明に係る磁性粒子粉末と結合剤樹脂とからなる磁気記録層が形成されており、前記磁気記録層中、磁性粒子粉末100重量部に対して結合剤樹脂が10～40重量部、好ましくは20～30重量部、その他の添加物が10～30重量部、好ましくは15～25重量部である。

【0053】本発明に係る磁気記録媒体の磁気特性は保磁力が500～30000e、好ましくは600～25000e、飽和磁束密度が1600～4000G、好ましくは2000～3500G、残留磁束密度が1300～3200G、好ましくは1500～3000Gである。角型比は0.80以上、好ましくは0.83以上である。配向度は3.00以上、好ましくは3.40以上である。

【0054】本発明に係る磁気記録媒体のテープ特性はカレンダー前で表面粗さRaは30nm以下、好ましくは20nm以下、光沢度（45°グロス）は125%以上、好ましくは140%以上であり、カレンダー後で表面粗さRaは10nm以下、好ましくは7nm以下、光沢度（45°グロス）は170%以上、好ましくは180%以上である。耐久性は15分以上、好ましくは20分以上である。

【0055】前記本発明に係る磁気記録媒体の製造法について述べる。

【0056】前記本発明に係る磁気記録媒体は、本発明に係る磁性粒子粉末100重量部、結合剤樹脂10～40重量部、好ましくは20～30重量部、必要により添加するその他の添加物10～30重量部、好ましくは15～25重量部及び溶剤とを混練、分散させて磁性塗料組成物を得、該磁性塗料組成物を非磁性支持体上に塗布、磁場配向、乾燥して得られる。

【0057】本発明における結合剤樹脂としては、現在、磁気記録媒体の製造にあたって汎用されている塩化ビニル-酢酸ビニル系共重合体、塩化ビニル-酢酸ビニル-無水マレイン酸共重合体、塩化ビニリデン、ポリウレタン系樹脂、スチレン-ブタジエン共重合体、ブタジエン-アクリロニトリル共重合体、ポリビニルブチラ-

ル、ニトロセルロース等セルロース誘導体、ポリエステル樹脂、ポリブタジエン等の合成ゴム系樹脂、エポキシ樹脂、ポリアミド樹脂、ポリイソシアネートポリマー、電子線硬化型アクリルウレタン樹脂等とその混合物を使用することができる。

【0058】本発明における結合剤樹脂は、酸性基又は塩基性基の極性基を有する結合剤樹脂を含む結合材樹脂を主体とするものである。前記酸性基としては、カルボキシル基 ($-\text{COOM}$ ($M=\text{H, Li, Na, K}$))、スルホン酸基 ($-\text{SO}_3\text{M}$ ($M=\text{H, Li, Na, K}$))、ホスホン酸基 ($-\text{PO}_3\text{M}_2$ ($M=\text{H, Li, Na, K}$))、ヒドロキシル基 ($-\text{OH}$)、メルカプト基 ($-\text{SH}$)、スルフィン酸基 ($-\text{SO}_2\text{M}$ ($M=\text{H, Li, Na, K}$))、ホスフィン酸基 ($-\text{PO}_2\text{M}_2$ ($M=\text{H, Li, Na, K}$))、グリシジル基 (エポキシ基) ($-\text{CH}_2-\text{CHOCH}_2$) などであり、前記塩基性基としては、アンモニウム基 ($\text{N}^+\text{RR}'\text{R}''\text{X}^-$ ($\text{X}=\text{OH, Cl, Br, I}$; $\text{R, R}', \text{R}''=\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ $n=0\sim 20$))、ホスホニウム基 ($\text{P}^+\text{RR}'\text{R}''\text{X}^-$ ($\text{X}=\text{OH, Cl, Br, I}$; $\text{R, R}', \text{R}''=\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ $n=0\sim 20$))、アミノ基 ($-\text{NRR}'$ ($\text{R, R}'=\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ $n=0\sim 20$))、ホスフィノ基 ($-\text{PRR}'$ ($\text{R, R}'=\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ $n=0\sim 20$))、ピリジニウム基 ($-\text{C}_5\text{H}_4\text{N}^+\text{R}\text{X}^-$ ($\text{X}=\text{OH, Cl, Br, I}$; $\text{R}=\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ $n=0\sim 20$))、ピペリジニウム基 ($-\text{C}_5\text{H}_9\text{N}^+\text{R}\text{R}'\text{X}^-$ ($\text{X}=\text{OH, Cl, Br, I}$; $\text{R, R}'=\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ $n=0\sim 20$))、ピロリジニウム基 ($-\text{C}_4\text{H}_7\text{N}^+\text{RR}'\text{X}^-$ ($\text{X}=\text{OH, Cl, Br, I}$; $\text{R, R}'=\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ $n=0\sim 20$)) などである。

【0059】本発明において使用する結合剤樹脂の極性基濃度の好ましい範囲は $10\sim 200\text{mmol/kg}$ より好ましくは $35\sim 150\text{mmol/kg}$ である。 10mmol/kg 未満の場合には磁性粒子の粒子表面に被着する極性基が少なすぎて磁性粒子粉末の樹脂中への分散が不良となり、 200mmol/kg を越える場合には、極性基同志の相互作用により磁性粒子粉末の分散性がかえって悪化してしまうことがある。

【0060】本発明における非磁性基体材料としては、現在、磁気記録媒体の製造にあたって汎用されているポリエチレンテレフタレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリカーボネート、ポリエチレンナフタレート、ポリアミド、ポリアミドイミド、ポリイミド、ポリサルホン等合成樹脂フィルム及びアルミニウム、ステンレス等金属の箔や板及び各種の紙を使用することができる。

【0061】その他の、通常用いられる潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤、着色材等を添加してもよい。

【0062】本発明の磁性塗料の混練分散にあたっては、混練機は、例えば、二軸ニーダー、二軸エクストルuder、加圧ニーダー、二本ロールミル、三本ロールミ

ルなどが使用でき、分散機としては、ボールミル、サンドグラインダー、アトライター、ディスパー、ホモジナイザー、超音波分散機などを使用することができる。

【0063】本発明の磁性塗料の塗布にあたっては、グラビアコーター、リバースロールコーター、スリットコーター、ダイコーターなどを使用することができる。塗布したシートは、対向磁石配列、ソレノイド磁石配向等により磁場配向を行うことができる。さらに、塗布膜表面の平滑性を向上させるためにカレンダー (平滑化) 処理を施すことが望ましい。その方法としては、加圧加熱した金属ロールと弾性ロールとの間に基体上に塗布膜を形成したものを通して塗布膜表面を平滑化する方法を行うことができる。

【0064】

【本発明の実施の形態】本発明の代表的な実施の形態は次の通りである。

【0065】尚、以下の本発明の実施の形態及び実施例並びに比較例における粒子の平均長軸径、平均短軸径、軸比はいずれも電子顕微鏡写真から測定した数値の平均値で示した。また、比表面積は BET 法により測定した値で示した。

【0066】スクエア酸及びアントラキノン骨格ポリオールの被覆量は、「堀場金属炭素・硫黄分析装置 EMI A-2200」(株)堀場製作所製)を用いて炭素量を測定した値から算出して示した。

【0067】アルミニウムキレート化合物の被覆量は蛍光 X 線分析 (model 3063M 理学電機工業 (株) 製) によって測定した Al 量から算出して示した。

【0068】磁気特性は、「振動試料型磁力計 VSM-3S-15」(東英工業 (株) 製) を使用し、最大外部磁場 10kOe にて測定した。飽和磁化の経時劣化 $\Delta\sigma_s$ については、温度 60°C 、相対湿度 90% の環境下で 7 日後の飽和磁化の測定値と初期の飽和磁化 σ_s との差で示した。

【0069】塗料粘度は、得られた磁性粒子粉末から磁性塗料を作成し、磁性塗料の 25°C 、ずり速度 $D=1.92$ ($1/\text{sec}$) における粘度を E 型粘度計 (VISCONIC EMD: (株) 東京計器製) を用いて測定した値で示した。また、7 日後の塗料粘度を測定し、分散安定性の指標とした。

【0070】耐久性は、メディアデュラビリティテストー MDT-3000 (Steinberg Associates 社製) を用いて、相対速度 16m/sec 、負荷 200g における測定値 (分) で示した。

【0071】塗布膜の表面光沢度 (45° グロス) は、グロスメーター UGV-5D (スガ試験機 (株) 製) を用いて測定した値であり、標準板光沢を 86.3% としたときの値を % 表示で示したものである。

【0072】磁性塗料を PET フィルムに塗布して得られた塗布膜の表面粗さは、表面形状測定機 (サーフコム

575A: (株)東京精密製)により測定した値で示した。

【0073】＜磁性粒子粉末の製造＞

(第一工程) スクエア酸(3, 4-ジヒドロキシ-3-シクロブテン-1, 2-ジオン(東京化成工業(株)製)) 100gをあらかじめ2lの純水に添加して作製したスクエア酸水溶液に水を加えて10lとし、よく攪拌しておいた。この時のスクエア酸の濃度は10g/lであった。

【0074】上記スクエア酸水溶液10l中に平均粒径0.2μmの鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末1kgを徐々に添加し、ホモキサナーにて30分間混合攪拌した後、濾過、乾燥して前記鉄を主成分とする金属磁性粒子の粒子表面にスクエア酸を被覆した。

【0075】得られた鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末は、炭素含有量から換算したスクエア酸の被覆量が1.0重量%であった。

【0076】(第二工程) 前記粒子表面がスクエア酸で被覆されている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末1kgをイソプロピルアルコール10l中に徐々に添加し、ホモキサナーで30分間攪拌して懸濁液を作製した。この懸濁液を60℃に昇温した後、攪拌しながら、アルミニウムキレート化合物として、アルミニウム-ジ-*n*-ブトキシドモノエチルアセトアセテートの10重量%イソプロピルアルコール溶液75gを徐々に添加した。添加後30分間さらに攪拌した後、濾過、乾燥してアルミニウムキレート化合物を粒子表面に被覆した。

【0077】得られた鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末は、Al含有量から換算したアルミニウムキレート化合物の被覆量が0.75重量%であった。

【0078】前記得られた鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の保磁力は16350e、飽和磁化が129emu/g、角形比0.49、促進経時変化の試験結果は、温度60℃、相対湿度90%の環境下において1週間後の保磁力の経時劣化が130e、飽和磁化の経時劣化Δosが-7.7emu/gであり、後出比較例1で得られた鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末に比べて酸化安定性に優れるものであった。

【0079】樹脂への分散性として、極性基がスルホン酸基(酸性基)である場合、塗料粘度3000cpと分散性が良好なものであり、7日後の塗料粘度は3800cpとほとんど粘度の変化がなく、分散安定性に優れるものであった。極性基が塩基性基の場合、塗料粘度4800cpと分散性が良好なものであり、7日後の塗料粘度は5400cpとほとんど粘度の変化がなく、分散安定性に優れるものであった。

【0080】＜磁気記録媒体の製造＞前記工程によって得た粒子表面に下層としてスクエア酸の被覆層を有しさらに上層としてアルミニウムキレート化合物からなる被覆層を有する鉄を主成分とする金属磁性粒子からなる磁

性粒子粉末100重量部、塩化ビニル-酢酸ビニル-ビニルアルコール共重合体(極性基: $-SO_3Na$ 、極性基濃度60mmol/kg) 12.5重量部、ミリスチン酸1重量部、シクロヘキサノン30重量部、アルミナ粉末7重量部、カーボンブラック粒子粉末#3250

(三菱化成(株)製、粒径28nm、BET比表面積800m²/g) 3重量部をニーダーを用いて30分間混練した後、該混練物にトルエン76.4重量部及びメチルエチルケトン137.4重量部及びシクロヘキサノン31重量部を添加して希釈し、次いで、サンドグラインダーによって3時間混合分散した。

【0081】前記混合分散物に、ポリウレタン樹脂(極性基: $-SO_3Na$ 、極性基濃度80mmol/kg)の固形分12.5重量部を含むメチルエチルケントールエン溶液41.7重量部を添加して30分間混合した後、濾過して得られた濾過物にE-31(三官能性低分子量イソシアネート化合物(武田薬品工業(株)製) 5重量部を混合して磁性塗料を得た。

【0082】得られた前記磁性塗料を厚さ14μmのポリエステルベースフィルム上に塗布した後、200kg/cm²の圧力でカレンダー処理を施し、次いで、乾燥することによって膜厚4μmの磁性層を形成した後、1/2インチの幅に裁断して磁気テープを作製した。

【0083】前記磁気テープの磁気特性は、保磁力が16500e、残留磁束密度Brが2600Gauss、角型(Br/Bm)0.86であった。また、配向度は3.45、表面光沢(45°グロス)が145%、表面粗度Ra20nmであった。

【0084】

【作用】本発明において重要な点は、塗布型磁気記録媒体に用いられる結合材樹脂の有する極性基が酸性基又は塩基性基のいずれの場合においても分散性に優れ、且つ、酸化安定性に優れることから磁気特性の経時劣化が少ない磁性粒子粉末が得られるという事実である。

【0085】前記事実について、本発明者は以下のように考えている。即ち、粒子表面に下層としてスクエア酸又はアントラキノン骨格ポリオールからなる被覆層を形成することにより、酸化安定性を改善することができ、しかも上層のアルミニウムキレート化合物の被覆を行った場合に下層にスクエア酸又はアントラキノン骨格ポリオールからなる被覆層があることにより、アルミニウムキレート化合物との化学的な結合を形成し、アルミニウムキレート化合物からなる被覆層を強固にすることができると考えている。さらに、上層にアルミニウムキレート化合物を被覆させることによって、アルミニウムが両性金属であることから結合剤樹脂の有する極性基が酸性基又は塩基性基のいずれである場合にもなじみがよく、分散性を向上させることができたものと考えている。

【0086】これに対して、スクエア酸又はアントラキ

ノン骨格ポリオールのみを単層で被覆した場合には、後出比較例 2 及び比較例 3 に示す通り、スクエア酸やアントラキノン骨格ポリオールは結合剤樹脂の有する極性基とのなじみは小さく、十分な分散性は得られない。アルミニウムキレートのみを単層で被覆した場合には、後出比較例 5 に示す通り、アルミニウムキレート剤が粒子表面から外れやすく、結合剤樹脂中への十分な分散性が得られず、また、酸化安定性に劣るものとなる。

【0087】一方、被覆順序を逆にした場合には、後出比較例 7 に示す通り、粒子表面に下層としてアルミニウムキレート化合物を被覆した場合、アルミニウムキレート化合物は粒子表面から外れやすいことからその上層の被覆層のスクエア酸又はアントラキノン骨格ポリオールをとまって外れてしまうため有効に機能せず、十分な分散性、酸化安定性が得られない。また、スクエア酸又はアントラキノン骨格ポリオールが上層の被覆層に存在する場合には結合剤樹脂へのなじみが小さいため、分散性が十分ではない。

【0088】

【実施例】本発明の実施例及び比較例を以下に挙げる。

【0089】実施例 1～32、比較例 1～24；

<磁性粒子粉末の製造>

実施例 1～14、比較例 1～8

【0090】実施例 1

(第一工程) アリザリン (1, 2-ジヒドロキシアントラキノン (東京化成工業 (株) 製) 100 g をあらかじめ 2 l のエチルアルコールに添加して作製したアリザリンのアルコール溶液を 10 l とし、よく攪拌しておいた。この時のアリザリンの濃度は 10 g/l であった。

【0091】上記アリザリンのアルコール溶液 10 l 中に平均粒径 0.2 μ m の鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末 1 kg を徐々に添加し、ホモミキサーにて 30 分間混合攪拌した後、濾過、乾燥、粉砕して前記鉄を主成分とする金属磁性粒子の粒子表面にアリザリンを被覆した。

【0092】得られた鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末は、炭素含有量から換算したアリザリンの被覆量が 1.00 重量% であった。

【0093】(第二工程) 次いで、前記粒子表面がアリザリンで被覆されている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末 1 kg をイソプロピルアルコール 10 l 中に徐々に添加し、ホモミキサーで 30 分間攪拌して懸濁液を作製した。この懸濁液を 60℃ に昇温した後、攪拌しながら、アルミニウムキレート化合物として、アルミニウム- γ -ブトキシド モノエチルアセトアセテートの 10 重量% イソプロピルアルコール溶液 75 g を徐々に添加した。添加後 30 分間さらに攪拌した後、濾過、乾燥してアルミニウムキレート化合物を粒子表面に被覆した。

【0094】得られた鉄を主成分とする金属磁性粒子粉

末は、Al 含有量から換算したアルミニウムキレート化合物の被覆量が 0.75 重量% であった。

【0095】ここに得た鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の保磁力は 16600 e、飽和磁化が 125 emu/g、角形比 0.49、促進経時変化の試験結果は、温度 60℃、相対湿度 90% の環境下において 1 週間後の保磁力の経時劣化が 100 e、飽和磁化の経時劣化 $\Delta \sigma_s$ が 6.1 emu/g であり、後出比較例 1 で得られた鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末に比べて酸化安定性に優れるものであった。

【0096】樹脂への分散性として、結合剤樹脂の極性基が酸性基の場合、塗料粘度 4500 cp と分散性に優れるものであり、7 日後の塗料粘度は 5300 cp とほとんど粘度の変化がなく、分散安定性に優れるものであった。極性基が塩基性基の場合、塗料粘度 5300 cp と分散性に優れたものであり、7 日後の塗料粘度は 6200 cp とほとんど粘度の変化がなく、分散安定性に優れるものであった。

【0097】実施例 2

(第一工程) スクエア酸 (3, 4-ジヒドロキシ-3-シクロブテン-1, 2-ジオン (東京化成工業 (株) 製) 50 g 及びアリザリン (1, 2-ジヒドロキシアントラキノン (東京化成工業 (株) 製) 50 g をあらかじめ 2 l のエチルアルコールに添加して作製したスクエア酸及びアリザリンのアルコール溶液にさらにエチルアルコールを加えて 10 l とし、よく攪拌しておいた。この時のスクエア酸の濃度は 5.0 g/l、アリザリンの濃度は 5.0 g/l であった。

【0098】上記スクエア酸及びアリザリンのアルコール溶液 10 l 中に平均粒径 0.2 μ m の鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末 1 kg を徐々に添加し、ホモミキサーにて 30 分間混合攪拌した後、濾過、乾燥して前記鉄を主成分とする金属磁性粒子の粒子表面にスクエア酸及びアリザリンを被覆した。

【0099】得られた鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末は、炭素含有量から換算したスクエア酸の被覆量が 0.5 重量%、アリザリンの被覆量が 0.5 重量% であった。

【0100】(第二工程) 次いで、前記粒子表面がスクエア酸及びアリザリンで被覆されている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末 1 kg をイソプロピルアルコール 10 l 中に徐々に添加し、ホモミキサーで 30 分間攪拌して懸濁液を作製した。この懸濁液を 60℃ に昇温した後、攪拌しながら、アルミニウムキレート化合物として、アルミニウム- γ -ブトキシド モノエチルアセトアセテートの 10 重量% イソプロピルアルコール溶液 75 g を徐々に添加した。添加後 30 分間さらに攪拌した後、濾過、乾燥してアルミニウムキレート化合物を粒子表面に被覆した。

【0101】得られた鉄を主成分とする金属磁性粒子粉

末は、Al含有量から換算したアルミニウムキレート化合物の被覆量が0.75重量%であった。

【0102】ここに得た鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の保磁力は16500e、飽和磁化が121emu/g、角形比0.49、促進経時変化の試験結果は、温度60℃、相対湿度90%の環境下において1週間後の保磁力の経時劣化が120e、飽和磁化の経時劣化 $\Delta\sigma_s$ が5.4emu/gであり、後出比較例1で得られた鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末に比べて酸化安定性に優れるものであった。

【0103】樹脂への分散性として、結合剤樹脂の極性基が酸性基の場合、塗料粘度2800cpと分散性に優れるものであり、7日後の塗料粘度は3400cpとほ

んど粘度の変化がなく、分散安定性に優れるものであった。極性基が塩基性基の場合、塗料粘度3800cpと分散性に優れるものであり、7日後の塗料粘度は4300cpとほとんど粘度の変化がなく、分散安定性に優れるものであった。

【0104】実施例3～14、比較例1～8

下層処理物の種類及び添加量、上層処理物の種類及び添加量について変化させた以外は前記本発明の実施の形態と同様にして磁性粒子粉末を得た。磁性粒子粉末の製造条件を表1及び表2に、得られた磁性粒子粉末の諸特性を表3及び表4に示した。

【0105】

【表1】

実施例 及び 比較例	磁性粒子粉末の製造条件				下層被覆処理				上層被覆処理			
	種類	形状	平均粒径 μm	BET 比表面積 m^2/g	処理物種類	添加量 wt%	添加媒体	温度 $^{\circ}\text{C}$	処理物種類	添加量 wt%	添加媒体	温度 $^{\circ}\text{C}$
実施例1	鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	シリカ(170-7) / 1,2-34-8	1.0	エタノール	25	Alキレート (90-7) S	0.75	エタノール	25
実施例2	鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	シリカ 7999	0.5 0.5	エタノール	25	Alキレート (90-7) S	0.75	エタノール	25
実施例3	鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	シリカ	1.0	水	25	Alキレート (90-7) S	0.375	エタノール	25
実施例4	鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	シリカ	1.0	水	25	Alキレート (90-7) S	1.50	エタノール	25
実施例5	鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	シリカ	0.5	水	25	Alキレート (90-7) S	0.75	エタノール	25
実施例6	鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	シリカ	2.0	水	25	Alキレート (90-7) S	0.75	エタノール	25
実施例7	鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	シリカ	1.0	水	25	Alキレート (90-7) ACS2	0.75	エタノール	25
実施例8	鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	シリカ(170-7) / 1,8-34-8	1.0	エタノール	25	Alキレート (90-7) S	0.75	エタノール	25
実施例9	鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	シリカ 7999	0.75 0.25	エタノール	25	Alキレート (90-7) S	0.75	エタノール	25
実施例10	鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	シリカ	0.75 0.25	エタノール	25	Alキレート (90-7) S	0.75	エタノール	25
実施例11	鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	シリカ 9999	0.5 0.5	エタノール	25	Alキレート (90-7) S	0.75	エタノール	25
実施例12	Co磁着したシリカ 粒子粉末	針状	0.25	35	シリカ	1.0	水	25	Alキレート (90-7) S	0.75	エタノール	25
実施例13	Co磁着したシリカ 粒子粉末	針状	0.27	28	シリカ	1.0	水	25	Alキレート (90-7) S	0.75	エタノール	25
実施例14	シリカ(170-7) 粒子 粉末	板状	0.06	50	シリカ	1.0	水	25	Alキレート (90-7) S	0.75	エタノール	25

【0106】

【表2】

【01-07】
【表3】

実験例 及び 比較例	磁性粒子粉末の製造条件									
	被処理粒子粉末					下層被覆処理				
	種類	形状	平均粒 径 μm	BET 比表面積 m^2/g	処理物種類	添加量 $\text{wt}\%$	添加媒体	温度 $^{\circ}\text{C}$	処理物種類	添加量 $\text{wt}\%$
比較例 1	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	---	---	---	---	---	---
比較例 2	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	2017 鐵	1.0	水	25	---	---
比較例 3	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	79922 (79922/3-1, 2-58-4)	1.0	エタノール	25	---	---
比較例 4	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	79922 (79922/3-1, 8-58-4)	1.0	エタノール	25	---	---
比較例 5	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	Al ₂ O ₃ -T (79922 S)	0.75	エタノール	25	---	---
比較例 6	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	Al ₂ O ₃ -T (79922 ACS2)	0.75	エタノール	25	---	---
比較例 7	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	Al ₂ O ₃ -T (79922 S)	0.75	エタノール	25	2017 鐵	1.0
比較例 8	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	Al ₂ O ₃ -T (79922 S)	0.75	エタノール	25	79922 (79922/3-1, 2-58-4)	1.0

10

20

30

実施例 及び 比較例	磁性粒子粉末の諸特性										磁性性を有する結合剤樹脂への分散性										磁性性を有する結合剤樹脂への分散性									
	種類	形状	平均粒 径 μm	BET 比 表面積 m ² /g	表面処理量			保磁力 H _c Oe	飽和磁化 σ _s emu/g	経時劣化 Δσ _s (7days) emu/g	磁性性を有する結合剤樹脂への分散性			磁性性を有する結合剤樹脂への分散性			磁性性を有する結合剤樹脂への分散性			樹脂濃度 mol/kg	種類 (樹脂名)	初期値 cp	7 日後 cp	樹脂粘度 mol/kg	初期値 cp	7 日後 cp	樹脂粘度			
					シリカ被覆量 wt%	アルミナ被覆量 wt%	AlH-1被覆量 wt%				樹脂濃度 mol/kg	種類 (樹脂名)	初期値 cp	7 日後 cp	樹脂粘度 mol/kg	種類 (樹脂名)	初期値 cp	7 日後 cp	樹脂粘度											
実施例1	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	47	—	1.00	0.750	1660	125	6.1	ポリブタジエン	75	4500	5300	80	4-メチルブタジエン	4500	5300	80	4-メチルブタジエン	4500	5300	6200	—	—	—	—	—	—	
実施例2	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	46	0.50	0.50	0.750	1650	121	5.4	ポリブタジエン	75	2800	3400	80	4-メチルブタジエン	2800	3400	80	4-メチルブタジエン	2800	3400	4300	—	—	—	—	—	—	
実施例3	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	45	1.00	—	0.374	1674	128	6.7	ポリブタジエン	75	3200	4400	80	4-メチルブタジエン	3200	4400	80	4-メチルブタジエン	3200	4400	5200	—	—	—	—	—	—	
実施例4	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	47	1.00	—	1.496	1640	121	5.9	ポリブタジエン	75	4000	4900	80	4-メチルブタジエン	4000	4900	80	4-メチルブタジエン	4000	4900	5600	—	—	—	—	—	—	
実施例5	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.16	46	0.50	—	0.749	1651	125	6.6	ポリブタジエン	75	3200	3800	80	4-メチルブタジエン	3200	3800	80	4-メチルブタジエン	3200	3800	5100	—	—	—	—	—	—	
実施例6	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	45	1.99	—	0.750	1638	120	5.5	ポリブタジエン	75	2900	3600	80	4-メチルブタジエン	2900	3600	80	4-メチルブタジエン	2900	3600	5000	—	—	—	—	—	—	
実施例7	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	48	1.00	—	0.749	1653	126	6.0	ポリブタジエン	75	3300	4100	80	4-メチルブタジエン	3300	4100	80	4-メチルブタジエン	3300	4100	6000	—	—	—	—	—	—	
実施例8	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	46	—	1.00	0.748	1661	124	6.3	ポリブタジエン	75	3500	4200	80	4-メチルブタジエン	3500	4200	80	4-メチルブタジエン	3500	4200	6000	—	—	—	—	—	—	
実施例9	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	44	0.74	0.25	0.750	1643	129	5.5	ポリブタジエン	75	3100	3600	80	4-メチルブタジエン	3100	3600	80	4-メチルブタジエン	3100	3600	5100	—	—	—	—	—	—	
実施例10	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	45	0.25	0.75	0.749	1645	131	6.2	ポリブタジエン	75	3300	3800	80	4-メチルブタジエン	3300	3800	80	4-メチルブタジエン	3300	3800	5300	—	—	—	—	—	—	
実施例11	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	47	0.50	0.49	0.750	1648	126	5.8	ポリブタジエン	75	3200	3600	80	4-メチルブタジエン	3200	3600	80	4-メチルブタジエン	3200	3600	5300	—	—	—	—	—	—	
実施例12	Co被覆したゼライト 粒子粉末	針状	0.25	34	1.00	—	0.750	780	75	1.0	ポリブタジエン	75	2800	3100	80	4-メチルブタジエン	2800	3100	80	4-メチルブタジエン	2800	3100	3400	—	—	—	—	—	—	
実施例13	Co被覆したゼライト 粒子粉末	針状	0.27	30	1.00	—	0.750	750	84	1.0	ポリブタジエン	75	2600	2900	80	4-メチルブタジエン	2600	2900	80	4-メチルブタジエン	2600	2900	3300	—	—	—	—	—	—	
実施例14	Al ₂ O ₃ 粒子粉末	板状	0.06	51	1.00	—	0.750	1300	60	0.0	ポリブタジエン	75	4200	4500	80	4-メチルブタジエン	4200	4500	80	4-メチルブタジエン	4200	4500	4800	—	—	—	—	—	—	

実施例 及び 比較例	磁性粒子粉末の諸特性				平均粒 径 μm	BET 比 表面積 m ² /g	表面処理量			保磁力 Hc Oe	飽和磁化 Os emu/g	経時変化 ΔOs (7 days) emu/g	極性基を有する結合剤樹脂への分散性				極性基を有する結合剤樹脂への分散性			
	種類	形状	カドミ 亜鉛 被覆量 wt%	アルミナ/ホ ウ酸 被覆 量 wt%			Al-H 被 覆量 wt%	結合剤樹脂					塗料粘度		結合剤樹脂		塗料粘度			
								種類 (極性基)	極性基 濃度 mol/kg				初期値 cp	7 日後 cp	種類 (極性基)	極性基 濃度 mol/kg	初期値 cp	7 日後 cp		
比較例 1	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	42	—	—	—	—	1683	131	19.4	カドミ亜鉛	75	7000	15400	4 級アミノ基	80	13500	23400	
比較例 2	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	46	1.00	—	—	—	1655	127	10.7	カドミ亜鉛	75	8600	16500	4 級アミノ基	80	9200	18300	
比較例 3	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	45	—	1.00	—	—	1648	124	11.2	カドミ亜鉛	75	9200	18000	4 級アミノ基	80	10100	20100	
比較例 4	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	45	—	0.99	—	—	1653	121	10.4	カドミ亜鉛	75	9500	17300	4 級アミノ基	80	12100	21500	
比較例 5	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	44	—	—	—	0.336	1661	123	14.8	カドミ亜鉛	75	4200	7000	4 級アミノ基	80	7100	10100	
比較例 6	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	46	—	—	—	0.329	1680	125	14.9	カドミ亜鉛	75	4000	6800	4 級アミノ基	80	6700	10200	
比較例 7	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	45	0.16	—	—	0.303	1658	120	11.0	カドミ亜鉛	75	6500	9600	4 級アミノ基	80	9600	12800	
比較例 8	鉄を主成分とする 金属磁性粒子粉末	針状	0.15	43	—	0.12	—	0.296	1643	128	12.3	カドミ亜鉛	75	9200	13500	4 級アミノ基	80	10100	14800	

【0109】＜磁気記録媒体の製造＞

実施例 15～32、比較例 9～24

磁性粒子粉末の種類、結合剤樹脂の有する極性基の種類、極性基濃度及び配合量、フィラーの種類、溶剤の種類及び配合量、潤滑剤の配合量、硬化剤の配合量について

て変化させた以外は前記本発明の実施の形態と同様にし
て前記磁性粒子粉末を使用して磁気記録媒体を得た。磁
気記録媒体の製造条件を表 5 及び表 6 に、得られた磁気
記録媒体の諸特性を表 7 及び表 8 に示した。

【0110】

【表5】

実施例 及び 比較例	磁気記録媒体の製造条件				フィラ材		溶剤		溶剤		硬化剤	
	磁性粒子粉末 種類	配合量 部	結合剤 種類	磁性基 濃度 mol/kg	配合量 部	種類	配合量 部	種類	配合量 部	種類	配合量 部	種類
実施例15	実施例10の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	303.9	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例16	実施例20の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	303.9	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例17	実施例50の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	303.9	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例18	実施例70の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	303.9	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例19	実施例80の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	303.9	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例20	実施例30の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	303.9	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例21	実施例10の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	303.9	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例22	実施例10の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	303.9	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例23	実施例20の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	246.2	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例24	実施例20の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	246.2	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例25	実施例80の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	246.2	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例26	実施例70の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	246.2	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例27	実施例80の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	246.2	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例28	実施例90の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	246.2	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例29	実施例100の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	246.2	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31
実施例30	実施例120の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	80	20.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-30)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	282.2	2027/酸 2570/酸	4.0	E-31
実施例31	実施例130の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	80	20.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-30)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	282.2	2027/酸 2570/酸	4.0	E-31
実施例32	実施例140の磁 性粒子粉末	100	塩酸ビスイソ シアネート系樹脂	80	20.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	7.0	NEK, H ₂ O 70/30	303.9	2027/酸 2570/酸	3.0	E-31

【0111】

【表6】

実施例	磁気記録媒体の製造条件										溶剤				硬化剤	
	磁性粒子粉末	種類	配合量 重量部	種類	磁性基 種類	磁性基 濃度 mol/kg	配合量	種類	カボナツカ 種類	配合量 部	種類	配合量 部	種類	配合量 部		
及び 比較例	比較例 9	比較例 1 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	2,4,6- トリメチル	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK ジブチル	303.9	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	5.0
	比較例10	比較例 2 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	2,4,6- トリメチル	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK ジブチル	303.9	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	5.0
	比較例11	比較例 3 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	2,4,6- トリメチル	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK ジブチル	303.9	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	5.0
	比較例12	比較例 4 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	2,4,6- トリメチル	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK ジブチル	303.9	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	5.0
比較例13	比較例 5 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	2,4,6- トリメチル	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK ジブチル	303.9	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	5.0	
比較例14	比較例 6 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	2,4,6- トリメチル	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK ジブチル	303.9	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	5.0	
比較例15	比較例 7 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	2,4,6- トリメチル	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK ジブチル	303.9	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	5.0	
比較例16	比較例 8 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	2,4,6- トリメチル	75	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK ジブチル	303.9	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	5.0	
比較例17	比較例 1 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	4-メチル メチル	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK	246.2	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	6.0	
比較例18	比較例 2 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	4-メチル メチル	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK	246.2	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	6.0	
比較例19	比較例 3 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	4-メチル メチル	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK	246.2	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	6.0	
比較例20	比較例 4 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	4-メチル メチル	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK	246.2	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	6.0	
比較例21	比較例 5 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	4-メチル メチル	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK	246.2	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	6.0	
比較例22	比較例 6 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	4-メチル メチル	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK	246.2	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	6.0	
比較例23	比較例 7 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	4-メチル メチル	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK	246.2	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	6.0	
比較例24	比較例 8 の磁 性粒子粉末	100	塩素ビス樹脂 外カチオン樹脂	4-メチル メチル	80	25.0	α -Al ₂ O ₃ (AKP-50)	#32508	7.0	MEK, HIBK	246.2	ジブチル ジブチル	3.0	E-31	6.0	

【0112】

【表 7】

実施例 及び 比較例	カレンダー前特性		磁気記録媒体の諸特性						
	光沢度 %	表面粗度 Ra nm	保磁力 Hc Oe	残留磁束 密度 Br Gauss	角型比 Br/Bh	配向度 OR	耐久性 min	光沢度 %	表面粗度 Ra nm
実施例15	143	20	1670	2580	0.86	3.42	23	180	6
実施例16	154	17	1660	2590	0.86	3.41	30	191	7
実施例17	150	19	1680	2580	0.86	3.46	25	193	6
実施例18	152	17	1690	2590	0.85	3.41	25	191	6
実施例19	140	20	1670	2610	0.85	3.50	26	185	7
実施例20	153	18	1660	2630	0.87	3.47	25	197	7
実施例21	150	20	1680	2620	0.85	3.44	25	185	9
実施例22	138	28	1680	2580	0.84	3.48	22	178	10
実施例23	138	27	1680	2560	0.83	3.46	20	179	10
実施例24	151	24	1680	2560	0.85	3.45	27	185	9
実施例25	145	25	1690	2560	0.84	3.50	22	183	9
実施例26	148	23	1700	2560	0.83	3.50	22	187	7
実施例27	136	27	1690	2560	0.84	3.48	23	179	8
実施例28	152	26	1690	2590	0.85	3.44	24	189	8
実施例29	148	25	1680	2600	0.84	3.49	23	181	8
実施例30	125	21	750	1470	0.88	3.51	28	171	8
実施例31	130	20	765	1580	0.87	3.53	24	174	9
実施例32	138	22	1370	1650	0.81	3.60	20	170	10

【0113】

30 【表8】

実施例 及び 比較例	カレンダー前特性		磁気記録媒体の諸特性						
	光沢度 %	表面粗度 Ra nm	保磁力 Hc Oe	残留磁束 密度 Br Gauss	角型比 Br/Bm	配向度 OR	耐久性 min	光沢度 %	表面粗度 Ra nm
比較例9	90	55	1700	2610	0.82	3.18	7	121	28
比較例10	71	60	1670	2600	0.78	2.96	14	124	31
比較例11	65	81	1660	2580	0.76	2.88	13	125	49
比較例12	58	90	1670	2580	0.79	2.94	15	106	51
比較例13	120	32	1680	2580	0.83	3.24	5	160	19
比較例14	121	35	1680	2590	0.82	3.28	6	165	16
比較例15	78	49	1680	2570	0.78	2.98	10	121	21
比較例16	75	61	1670	2600	0.79	2.97	8	128	35
比較例17	55	121	1730	2560	0.80	2.95	5	103	86
比較例18	48	108	1700	2570	0.78	2.84	12	98	80
比較例19	58	113	1700	2540	0.77	2.85	11	110	82
比較例20	61	120	1700	2530	0.78	2.88	14	113	89
比較例21	105	54	1710	2540	0.82	3.04	5	141	23
比較例22	58	113	1710	2530	0.77	2.85	5	108	74
比較例23	61	120	1700	2540	0.78	2.88	8	115	81
比較例24	105	54	1680	2560	0.82	3.04	8	145	28

【0114】

【発明の効果】本発明に係る磁性粒子粉末は、塗布型磁気記録媒体に用いられる結合材樹脂の有する極性基が酸性基又は塩基性基のいずれの場合においても、分散性に

優れ、且つ、酸化安定性に優れることから磁気特性の経時劣化が少ないので、高密度記録の磁気記録媒体に好適のものである。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.